Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 69 (1978)

Heft: 2

Artikel: Probleme der Bestimmung von Aflatoxin in Erdnüssen - Vorschlag für einen Probenahme- und Analysenplan für die Importkontrolle

Autor: Knutti, R. / Schlatter, Ch.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-983326

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 13.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **69**, 264—274 (1978)
Eingegangen 23. März 1978. Angenommen 16. Mai 1978

Probleme der Bestimmung von Aflatoxin in Erdnüssen – Vorschlag für einen Probenahme- und Analysenplan für die Importkontrolle*

R. Knutti und *Ch. Schlatter*
Institut für Toxikologie der ETH und der Universität Zürich, Schwerzenbach

Einleitung

Wegen der punktuellen Kontamination von Erdnüssen mit Aflatoxin — nur ein kleiner Teil der Kerne enthält Aflatoxin — müssen für die Kontrolle dieses Lebensmittels besondere Anforderungen an Probenahme und Analysenplan gestellt werden. Ein Beispiel soll dies verdeutlichen: Bei einem Kontaminationsgrad von 1 : 10 000 enthält eine Stichprobe von 10 000 Kernen (ca. 5 kg) im Mittel einen aflatoxinhaltigen Kern, mit 37% Wahrscheinlichkeit wird sie keinen einzigen enthalten. Ein unzulässig hoher Mittelwert kann deshalb bei kleinen Gesamtstichprobenmengen leicht übersehen werden, da bereits mit einem mittleren Aflatoxingehalt von 5 µg pro kontaminiertem Kern ein Gesamtmittelwert von 1 ppb erreicht wird. Bei der Gehaltsbestimmung von Erdnußproben findet man, daß die Analysenwerte von Probe zu Probe stark schwanken. Dies ist die direkte Folge der punktuellen Kontamination. Die Streuung der Stichprobenwerte ist im wesentlichen durch die Wahrscheinlichkeitsverteilung des Aflatoxingehaltes der einzelnen Kerne und durch die Stichprobengröße gegeben. Die reine Analysengenauigkeit gibt hingegen im allgemeinen nur einen kleinen Beitrag zur Streuung. Um eine zuverlässige Aussage über den mittleren Gehalt der zu kontrollierenden Erdnüsse machen zu können, sollte man deshalb etwas über die Wahrscheinlichkeitsverteilung des Aflatoxingehaltes der einzelnen Kerne wissen. Diese läßt sich aufteilen in einem Kontaminationsgrad, z. B. 1 : 1 000, der angibt, wie groß der Anteil der aflatoxinhaltigen Kerne ist, und in die Wahrscheinlichkeitsverteilung des Aflatoxingehaltes der kontaminierten Kerne. Der Kontaminationsgrad läßt sich relativ einfach bestimmen, z. B. aus der Zahl aflatoxinhaltiger Proben, oder aus der Streuung der Stichprobenwerte. Ueber die wirkliche Wahrscheinlichkeitsverteilung der Gehalte der aflatoxinhaltigen Kerne ist hingegen wenig bekannt, und sie kann auch nur mit sehr großem analytischem Aufwand bestimmt werden. Aus Untersuchungen von *Cucullu* (1) und anderen Gruppen weiß man, daß die

* Vortrag gehalten an der Arbeitstagung «Gesundheitsgefährdung durch Aflatoxine» vom 20. und 21. März 1978 in Zürich

Aflatoxingehalte einen sehr weiten Bereich, nämlich 4—5 Zehnerpotenzen, überdecken können. Bei der Analyse einzelner Kerne hat man Gehalte von einigen Nanogramm bis zu mehreren hundert Mikrogramm gefunden. *Whitaker, Dickens* et al. (2) untersuchten 29 Chargen von stark aflatoxinkontaminierten geschälten Erdnüssen. Von jeder Charge wurden 10 Stichproben zu 5 kg (je ca. 10 000 Kerne) analysiert. In Abbildung 1 ist die kumulative Verteilung der Stichprobengehalte der Charge Nr. 28 jener Untersuchung aufgetragen. Die Punkte zeigen die experimentell bestimmten Konzentrationswerte der 10 Stichproben. Der Mittelwert beträgt 100 ppb. Diese Verteilung der Stichprobenwerte kann durch 2 sehr unterschiedliche theoretische Wahrscheinlichkeitsverteilungen der Gehalte der einzelnen Kerne beschrieben werden. Die gestrichelte Linie 1 resultiert aus der von *Whitaker* und *Dickens* benutzten negativen Binomialverteilung und die ausgezogene Kurve 2 wurde mit der von *Waibel* (3) postulierten Verteilung erhalten. Beide Modelle stimmen gut mit den experimentellen Werten überein; es kann aufgrund dieser Daten nicht entschieden werden, welche Verteilung die richtige ist.

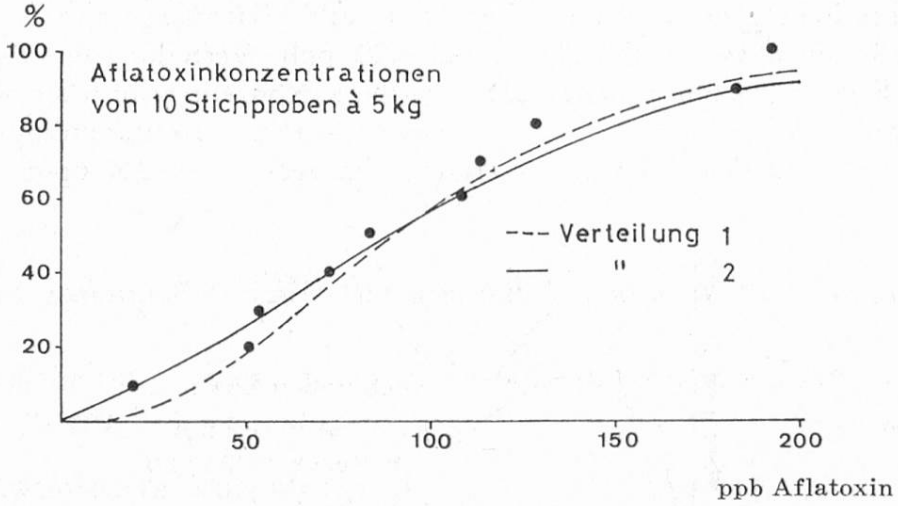

Abb. 1. Kumulative Wahrscheinlichkeitsverteilung der Analysenwerte aus der Untersuchung von *Whitaker, Dickens,* et al. (2) (Minilot Nr. 28), verglichen mit zwei Modellverteilungen. Verteilung 1: negative Binomialverteilung,
Verteilung 2: Exponentialverteilung $f(x) = x \cdot \exp(-a \cdot x)$

Abbildung 2 zeigt die beiden Modellverteilungen für den Gehalt eines einzelnen aflatoxinhaltigen Kerns. Beide Verteilungen ergeben einen Gesamtmittelwert von 100 ppb, und beiden Verteilungen ist gemeinsam, daß nur ein sehr kleiner Teil der Kerne mit Aflatoxin kontaminiert ist. Die Kontaminationsgrade sind allerdings unterschiedlich. Im Modell 1 liegt die höchste Wahrscheinlichkeit bei sehr kleinen Werten und nimmt mit steigendem Gehalt stetig ab. Der Kontaminationsgrad beträgt für die Charge Nr. 28 1 : 250 und der Mittelwert der aflatoxinhaltigen Kerne 25 ppm (bzw. ca. 12 µg/Kern).

Beim Modell 2 beträgt der Kontaminationsgrad für die Charge Nr. 28 nur 1 : 3 000. Der Gesamtmittelwert von 100 ppb wird durch einen mittleren Gehalt von 300 ppm pro kontaminiertem Kern erreicht. Die Wahrscheinlichkeit für sehr

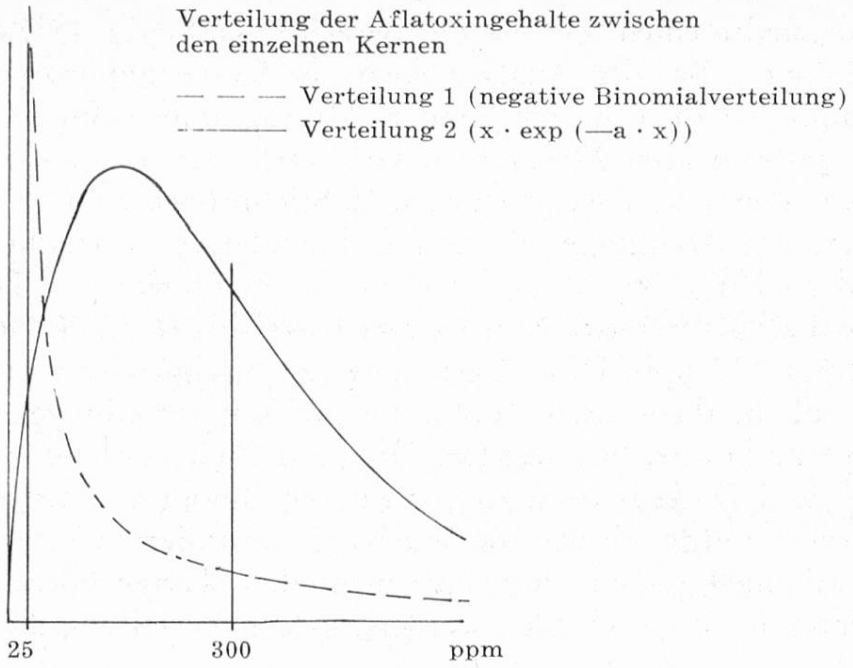

Abb. 2. Theoretische Modelle für die Verteilung des Aflatoxingehaltes zwischen den Erdnußkernen für einen Gesamtmittelwert von 100 ppb. Verteilung 1: negative Binomialverteilung, Kontaminationsgrad 1 : 250, mittlere Konzentration der aflatoxinhaltigen Kerne 25 ppm. Verteilung 2: $f(x) = x \cdot \exp(-a \cdot x)$, Kontaminationsgrad 1 : 3 000, mittlerer Gehalt der aflatoxinhaltigen Kerne 300 ppm

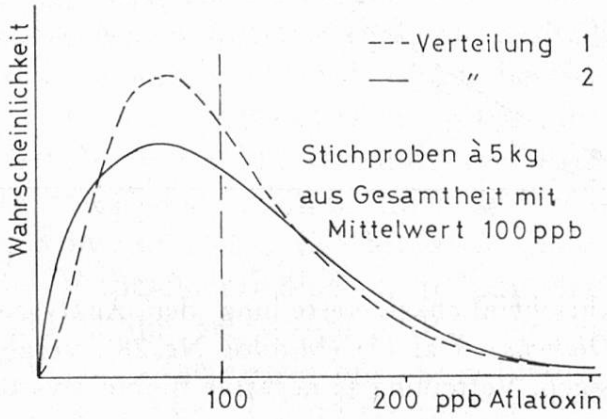

Abb. 3. Wahrscheinlichkeitsdichten der Modellverteilungen 1 und 2, angepaßt an die experimentellen Daten von *Whitaker, Dickens* et al. (2) (Minilot Nr. 28)

kleine Gehalte ist hier minimal, sie steigt zu einem Maximum bei 150 ppm an und fällt dann wieder ab. In Abbildung 3 sind nochmals die für die 5 kg Stichprobenwerte resultierenden Verteilungen als Wahrscheinlichkeitsdichten dargestellt. Zu beachten ist hier vor allem, daß beide Modelle auch für die recht große Stichprobenmenge von 10 000 Kernen eine asymmetrische Verteilung ergeben. Der häufigste Stichprobenwert liegt beträchtlich unterhalb des Mittelwertes. Kritisch für die Beurteilung der Stichproben ist der Verlauf der Kurve im tiefen Konzentrationsbereich. Bei der Verteilung 2 treten kleine Stichprobenwerte von Chargen mit hohem Mittelwert wesentlich häufiger auf als bei Verteilung 1.

Eine andere Untersuchung stammt von *Waibel* (3). Er analysierte 500 Stichproben zu 250 g (700 Kerne) einer Charge mit geringem Kontaminationsgrad (ca. 1 : 10 000). Auch in diesem Fall kann die experimentelle Verteilung durch beide Modelle beschrieben werden.

Welche Schlüsse können nun aus diesen experimentellen Daten im Hinblick auf einen Stichprobenplan gezogen werden? Die zugrundeliegende wahre Verteilung kann natürlich nur die eine oder andere Form haben oder auch einer noch anderen Verteilung entsprechen. Daß die Daten mit verschiedenen theoretischen Modellen gedeutet werden können, ist ein, wie uns scheint, recht eindrückliches Beispiel für das statistische Gesetz, das besagt, daß sich die Wahrscheinlichkeitsverteilung der Summe vieler unabhängiger, sonst aber beliebiger Variablen — in unserem Falle sind es die Gehalte der einzelnen Kerne — einer Gauss'schen Normalverteilung nähert.

Konkret bedeutet dies, daß mit gewissen Vorbehalten die Wahl der zugrundeliegenden Verteilung nicht so kritisch sein sollte, solange die Stichprobe genügend groß ist. Zur Beurteilung, ob eine Stichprobe aus einer Charge stammt, deren Mittelwert über dem amtlichen Grenzwert liegt, benötigt man zuverlässige Schätzwerte für den Mittelwert und die Streuung. Man wird deshalb mit Vorteil dasjenige Modell wählen, das die besten Schätzwerte für Mittelwerte und vor allem für die Streuung gibt.

Herleitung eines Stichprobenplans für die Aflatoxinkontrolle ganzer Erdnüsse

Bei der Ausarbeitung eines Stichprobenplans müssen die folgenden Punkte berücksichtigt werden:

— minimale Gesamtstichprobenmenge
— amtlicher Grenzwert
— analytische Nachweisgrenze und Methodengenauigkeit
— Sicherheiten für die Entscheidung (Produzentenrisiko α, Konsumentenrisiko β bezüglich eines bestimmten Vielfachen des amtlichen Grenzwertes)
— Wahl des Wahrscheinlichkeitsmodells
— Zahl der Einzelstichproben
— obere Grenze der Gesamtstichprobenmenge.

Bereits in der Einleitung wurde auf die Gefahr hingewiesen, daß bei zu kleiner Gesamtstichprobe hohe Mittelwerte bei kleinem Kontaminationsgrad übersehen werden können. Dies muß so weit wie möglich verhindert werden. Der tiefste, sicher erfaßbare Kontaminationsgrad muß allerdings relativ willkürlich festgelegt werden. Wir setzen fest, daß ein Kontaminationsgrad von 1 : 10 000 mit 95% Sicherheit erfaßt werden soll. Dies erreicht man nach der Poisson-Statistik bei einer Gesamtstichprobenmenge von mindestens 30 000 Kernen. Als amtlichen Grenzwert setzen wir 1 ppb ein. Im weiteren wird mit einer analytischen Nachweisgrenze von 0,5 ppb und einer Meßgenauigkeit von 20% bei 1,5 ppb gerechnet.

Will man eine Charge Erdnüsse nur dann zurückweisen oder eventuell vernichten lassen, wenn mit großer Sicherheit feststeht, daß es sich nicht um gute Ware handeln kann, so muß die Rückweisungsgrenze deutlich über dem amtlichen Grenzwert festgelegt werden. Will man nun die Erdnüsse ebenfalls nur dann zulassen, wenn mit großer Sicherheit feststeht, daß der Aflatoxingehalt unter dem Grenzwert liegt, so ergibt sich ein Zwischenbereich, in dem keine Entscheidung getroffen werden kann. Dieses Entscheidungsdilemma läßt sich nicht eliminieren, solange für Annahme und Ablehnung Sicherheiten von mehr als 50% bezüglich des gleichen Grenzwertes verlangt werden. Durch Vergrößerung des Stichprobenumfanges kann der unentscheidbare Zwischenbereich aber stark eingeengt werden. Ein anderer Ausweg besteht darin, die Ware auch dann anzunehmen, wenn ein nur wenig über dem Grenzwert liegender Gehalt mit großer Wahrscheinlichkeit nicht überschritten wird.

Die Wahrscheinlichkeit für die irrtümliche Zurückweisung einer guten Ware bezeichnet man als Produzentenrisiko α, die Wahrscheinlichkeit für die irrtümliche Zulassung von Waren mit unzulässig hohem Gehalt als Konsumentenrisiko β. Ein Konsumentenrisiko β von z. B. 1% bedeutet allerdings lediglich, daß in einem von hundert Fällen Ware, deren mittlerer Aflatoxingehalt gerade dem Annahmegrenzwert entspricht, angenommen wird. Dies wäre nur dann gleich dem Anteil insgesamt irrtümlich zugelassener Ware mit zu hohem Gehalt, wenn der mittlere Gehalt aller zu kontrollierenden Erdnußchargen gerade dem Annahmegrenzwert entsprechen würde. Dies ist jedoch bei weitem nicht der Fall; nur ein kleiner Prozentsatz der als marktfähig vermuteten Chargen wird in diesem Konzentrationsbereich liegen. Der festgelegte Wert ist daher nur die obere Grenze für das wahre Konsumentenrisiko. Das Entsprechende gilt natürlich auch für das Produzentenrisiko.

Beim Abwägen von Produzenten- und Konsumentenrisiko ist zu berücksichtigen, daß der Produzent in erster Linie daran interessiert ist, daß gute Ware nicht zurückgewiesen wird, unabhängig davon, ob die Erdnüsse nun 0,01 oder 0,1 ppb Aflatoxin enthalten. Ihm genügt es zu wissen, daß z. B. in maximal 1% der Fälle das Urteil falsch ist. Anders steht es beim Schutz des Konsumenten. Daß eine irrtümlich zugelassene Charge einmal 2 oder 5 ppb enthält, kann man möglicherweise noch tolerieren. Es muß aber mit großer Wahrscheinlichkeit ausgeschlossen werden, daß eine Charge mit 1 ppm falsch beurteilt wird. Der Toxikologe möchte deshalb, wenn schon der Grenzwert nicht mit Sicherheit eingehalten werden kann, wenigstens einen oberen Grenzwert für die zusätzliche Belastung des Konsumenten durch falsch beurteilte Stichproben festlegen. In den Analysenplan einbauen kann man eine solche zusätzlich tolerierte Gesamtmenge aber nur, wenn man die Verteilung der mittleren Konzentrationen aller zu kontrollierenden Chargen kennt. Diese Verteilung ist nun leider mindestens für die in der Schweiz zu kontrollierenden Erdnüsse auch näherungsweise nicht bekannt. Es bleibt deshalb nicht viel anderes übrig, als für den Stichprobenplan vorerst einigermaßen willkürlich Grenzen festzulegen:

Eine Charge soll mit einem Produzentenrisiko α von 1% zurückgewiesen werden oder mit einem Konsumentenrisiko β von maximal 1%, allerdings bezogen

auf einen Gehalt von 5 ppb, zugelassen werden. Liegt der Probenmittelwert zwischen diesen Annahme- und Rückweisungsgrenzen, so wird eine weitere Einzelstichprobe analysiert.

Nun muß noch entschieden werden, welche Verteilung der Beurteilung zugrundegelegt werden soll. Als Schätzwert für den Mittelwert dient in beiden Fällen, im Modell *Whitaker/Dickens* und im Modell *Waibel,* der Mittelwert aller Stichproben. Als Maß für die Streuung wird bei der negativen Binomialverteilung als Kenngröße der Quotient g aus Mittelwert und Standardfehler des Mittelwertes berechnet. Für die Verteilung von *Waibel* muß der Kontaminationsgrad aus der Anzahl positiver Proben, d. h. der Zahl von Stichproben mit meßbarem Aflatoxingehalt, abgeschätzt werden. Die Größe der Gehalte wird dabei nicht berücksichtigt. Da man nicht abschätzen kann, wie viele kontaminierte Kerne in einer positiven Stichprobe enthalten sind, liefert die negative Binomialverteilung bei gleichem analytischem Aufwand zuverlässigere Schätzwerte für die Streuung. Aus diesem Grunde wird die negative Binomialverteilung vorgezogen.

Um einen zuverlässigen Wert für die Streuung zu erhalten, ist eine möglichst große Zahl von Einzelstichproben erwünscht. Dabei sind Arbeitsaufwand und praktische Durchführbarkeit zu berücksichtigen. *Battaglia* (4) hat gezeigt, daß Stichproben in der Größenordnung von 5 kg in einem Fleischkutter soweit homogenisiert werden können, daß die Streuung von Aliquot zu Aliquot des gleichen Homogenates gegenüber der Stichprobenstreuung vernachlässigt werden kann. Als Kompromiß soll deshalb im ersten Schritt die Analyse mit 3 Einzelstichproben zu je 10 000 Kernen durchgeführt werden. Ist mit drei Einzelstichproben noch keine Entscheidung möglich, so wird eine weitere Stichprobe von 10 000 Kernen analysiert und das Resultat aller Meßwerte getestet. Die bei der Berechnung der Annahme- und Rückweisungsgrenzen eingesetzten Sicherheiten von je 99% stimmen nur exakt, wenn der wahre Kontaminationsgrad bekannt ist. Die Bestimmung des Schätzwertes für den Kontaminationsgrad aus nur drei Stichproben führt in erster Linie dazu, daß bei kleinen Analysenwerten der Mittelwert aus den ersten drei Stichproben häufiger in den unentscheidbaren Bereich zwischen Annahme- und Rückweisungsgrenze fällt. Ebenfalls zu einer unzuverlässigeren Schätzung des Kontaminationsgrades führen Stichprobenwerte unterhalb der Nachweisgrenze.

Falls mit fünf Einzelstichproben noch keine Entscheidung möglich ist, soll der höchste Wert gestrichen werden. Dies läßt sich damit begründen, daß mit der hohen Gesamtstichprobenmenge vor allem der Konsument vor hohem Gehalt bei geringem Kontaminationsgrad geschützt wird. Hingegen steigt damit auch die Chance, einen kontaminierten Kern aus einer Charge mit sehr kleinem Kontaminationsgrad zu erwischen, der aber zur Gesamtbelastung nur wenig beitragen würde. In einem solchen Falle ist es wohl eher vertretbar, einen einzelnen, leicht erhöhten Wert in fünf Stichproben zu streichen, als noch viele weitere Proben zu erheben und zu analysieren. Die Grenzen sind so gewählt, daß nach maximal fünf Stichproben und eventueller Streichung des höchsten Wertes nur in seltenen Fällen noch keine Entscheidung getroffen werden kann.

Stichproben- und Analysenplan zur Kontrolle des Aflatoxingehaltes von Erdnüssen

I Entnahme einer repräsentativen Gesamtstichprobe von 50 000 Kernen (ca. 25 kg) aus der zu kontrollierenden Ware.

II Mischen der gesamten Stichprobe zur homogenen Verteilung der aflatoxinhaltigen Kerne.

III Analyse von 3 Einzelstichproben von je 10 000 Kernen.

IV $\bar{c}$ und $g = \frac{\bar{c}}{s/\sqrt{n}}$ berechnen.

V Urteil mit Hilfe des Entscheidungsdiagrammes (Abb. 4 oder Tabelle 1) fällen. Wenn c innerhalb der unentschiedenen Zone liegt:

Fall a): $n < 5$ → zusätzliche Stichprobe von 10 000 Kernen analysieren, dann → IV

Fall b): $n = 5$ → höchsten Wert streichen, dann → IV

$\bar{c}$ = Mittelwert, s = Standardabweichung, n = Anzahl Werte. Für nicht nachweisbare Gehalte: c = Nachweisgrenze setzen

Tabelle 1. Annahmegrenzen c_a ($\beta = 1\%$, max. 5 ppb) und Rückweisungsgrenze c_r ($\alpha = 1\%$, 1 ppb) in ppb

g	c_a	c_r	g	c_a	c_r
1,0	0,0	4,6	2,2	1,2	2,4
1,1	0,1	4,2	2,4	1,4	2,2
1,2	0,2	3,8	2,6	1,6	2,1
1,3	0,3	3,6	2,8	1,8	2,0
1,4	0,4	3,4	3,0	1,9	1,9
1,5	0,5	3,2	3,5	1,8	1,8
1,6	0,6	3,0	4,0	1,7	1,7
1,7	0,7	2,8	4,5	1,6	1,6
1,8	0,8	2,7	5,0	1,5	1,5
1,9	0,9	2,6	6,0	1,4	1,4
2,0	1,0	2,5	8,0	1,3	1,3

Beispiele

In Tabelle 2 sind einige konkrete Entscheidungsbeispiele zusammengestellt. In Beispiel 1 liegen alle drei Werte an der Nachweisgrenze von 0,5 ppb oder darunter. Die Wahrscheinlichkeit, daß drei Stichproben aus einer Gesamt-

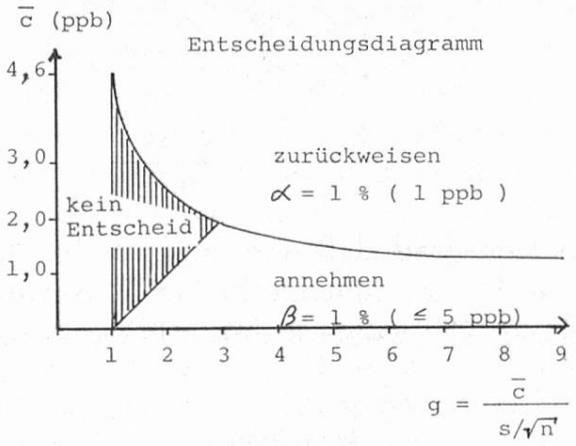

Abb. 4. Entscheidungsdiagramm für Grenzwert 1 ppb

heit mit einem mittleren Gehalt von 5 ppb und mehr keine nachweisbaren Aflatoxinmengen enthalten, hängt vom Kontaminationsgrad und von der wahren Grundverteilung ab. Die Beispiele 2 und 3 führen bereits im ersten Analysenschritt zu Ablehnung, bei Werten von über 4,6 ppb unabhängig vom geschätzten Kontaminationsgrad. In den drei Varianten des Beispiels 4 kann erst nach der Analyse von vier oder fünf Stichproben ein Entscheid gefällt werden.

Tabelle 2. Beispiele

Analysenwerte (ppb)						$\bar{c}$	g	Entscheidung
1)	0,5	0,5	0,5			0,5	>9	annehmen
2)	3	4	7			4,7	3,9	zurückweisen
3)	1	3	5			3,0	2,6	zurückweisen
4a)	0,5	1	5			2,2	1,5	weiter analysieren
	0,5	1	5	5		2,9	2,3	zurückweisen
4b)	0,5	1	5			2,2	1,5	weiter analysieren
	0,5	1	5	0,5		1,8	1,6	weiter analysieren
	0,5	1	5	0,5	15	4,4	1,6	zurückweisen
4c)	0,5	1	5			2,2	1,5	weiter analysieren
	0,5	1	5	0,5		1,8	1,6	weiter analysieren
	0,5	1	5	0,5	0,5	1,5	1,7	höchsten Wert streichen
	0,5	1	—	0,5	0,5	0,6	5,0	annehmen

Anhang

Als Modell für die Verteilung der Aflatoxinmenge x zwischen den einzelnen Erdnußkernen wurde die negative Binomialverteilung (Gleichung I) gewählt.

$$f(x) = \frac{\Gamma(x+k)}{x! \cdot \Gamma(k)} \cdot p^k \cdot q^x \qquad \text{(I)}$$

$$p = \frac{k}{m+k}, \; q = \frac{m}{m+k}$$

wobei k den Kontaminationsgrad definiert und m die mittlere Aflatoxinmenge pro Kern ist. Die gesamte Aflatoxinmenge $N\bar{x}$ in N Kernen ist wiederum negativ binomial verteilt (Gleichung II), wobei k durch Nk und m durch Nm zu ersetzen ist:

$$f_N(x) = \frac{\Gamma(x+Nk)}{x! \cdot \Gamma(Nk)} \cdot p^{Nk} \cdot q^x \qquad \text{(II)}$$

Als Schätzwert für k wird nach *Whitaker* (2) die Gleichung III benützt:

$$k = \frac{\bar{c}^2}{N_s \cdot s^2 - \bar{c}} \approx \frac{\bar{c}^2}{N_s \cdot s^2} = \left(\frac{\bar{c}}{s/\sqrt{n}}\right)^2 \cdot \frac{1}{N_{tot}} = \frac{g^2}{N_{tot}} \qquad \text{(III)}$$

s = Standardabweichung aus n Stichproben mit Mittelwert $\bar{c}$

N_s = Anzahl Kerne der Einzelstichproben

N_{tot} = Anzahl Kerne der Gesamtstichprobe

$g = \frac{\bar{c}}{s/\sqrt{n}}$ = Kennzahl für den Kontaminationsgrad und die Streuung der Stichprobenwerte

Die Wahrscheinlichkeit $F(N \cdot v \cdot m)$, aus einer Charge mit mittlerem Gehalt m eine Stichprobe von N Kernen mit der v-fachen Menge von m zu ziehen, ist durch Summation der in Gleichung II gegebenen Wahrscheinlichkeiten zu erhalten:

$$F(N \cdot v \cdot m) = \sum_{x=0}^{Nvm} \frac{\Gamma(x+Nk)}{x! \cdot \Gamma(Nk)} \cdot p^{Nk} \cdot q^x \qquad \text{(IV)}$$

Die in Abbildung 4 dargestellten Entscheidungsgrenzen erhält man durch Einsetzen der verschiedenen Werte von g in Gleichung III zur Berechnung von k. Für die Annahmegrenze wird nach Gleichung IV aufsummiert bis zu einem F-Wert von 0,01 und für die Rückweisungsgrenze bis zu einem Wert von 0,99. Die an diesen Punkten erhaltenen Werte für die Gesamtaflatoxinmenge x ergeben nach Division durch die Menge Kerne die Grenzkonzentrationen c.

Zur Berechnung der Entscheidungsgrenzen müssen zwar auch noch konkrete Werte für N und m eingesetzt werden (gerechnet wurde mit N=1000 und m=5). Es zeigt sich aber, daß diese Werte im ganzen interessierenden Bereich variiert werden können, ohne daß sich etwas an den Grenzen ändert. Das Diagramm behält deshalb seine Gültigkeit unabhängig von der Gesamtstichprobenmenge N_{tot}, die zur Bestimmung von $\bar{c}$ und g verwendet wurde.

Zusammenfassung

Wegen der punktuellen Kontamination von Erdnüssen mit Aflatoxin erhält man bei der Gehaltsbestimmung eine große Streuung der Analysenwerte von Probe zu Probe. Zur Beurteilung von Stichproben benötigt man deshalb Kenntnisse über die Verteilung der Aflatoxingehalte zwischen den einzelnen Erdnüssen. Diese Verteilung kann aufgeteilt werden in den Kontaminationsgrad und die Wahrscheinlichkeitsverteilung des Gehaltes der kontaminierten Kerne. Ein Kontaminationsgrad von 1 : 10 000 soll noch mit einer Sicherheit von 95% erfaßt werden können. Die Gesamtstichprobenmenge beträgt deshalb mindestens 30 000 Kerne. Da sich die Verteilung der Stichprobenkonzentrationen mit zunehmender Probengröße einer Normalverteilung nähert, sollte die Wahl der zugrundeliegenden Modellverteilung nicht allzu kritisch sein. Für die Berechnung des Stichprobenplanes wird die negative Binomialverteilung benützt, da sie bei gleichem analytischem Aufwand zuverlässigere Schätzwerte für die Streuung der Stichprobengehalte liefert als die ebenfalls vorgeschlagene Exponentialverteilung. Der Stichprobenplan wurde für einen Grenzwert von 1 ppb berechnet, mit einem Produzentenrisiko α von 1% und einem Konsumentenrisiko β von ebenfalls 1%, bezogen auf den fünffachen Grenzwert. Im ersten Schritt werden drei Stichproben zu je 10 000 Kernen analysiert. Wenn noch kein Entscheid möglich ist, werden noch zusätzliche Einzelstichproben von je 10 000 Kernen untersucht. Andere Zahlen für den Grenzwert, wie für die Risiken könnten eingesetzt werden, ohne daß sich am Prinzip des Planes etwas ändern würde.

Résumé

Le problème de la prise d'échantillons en vue du contrôle de la teneur en aflatoxine des graines d'arachide est discuté. La principale difficulté réside dans la répartition des plus irrégulières des graines contaminées et de leur nombre très variable au sein des lots soumis au contrôle. L'application de la distribution des probabilités sert de base à un plan de prélèvement. Le plan de prélèvement proposé apporte les garanties voulues d'une appréciation correcte des lots de graines d'arachide et prend en considération un emploi du temps aussi réduit que possible.

Summary

The analysis of whole peanuts for aflatoxin yields widely varying concentrations for different samples, due to the small proportion of kernels contaminated with aflatoxin. Some knowledge of the distribution of aflatoxin between single kernels is needed for deciding whether a sample represents a lot with mean concentration above or below a certain tolerance level. This distribution may be subdivided into a degree of contamination and the proper distribution of aflatoxin between contaminated kernels. In order to be able to detect a low degree of contamination of 1 : 10 000 with a certainty of 95% a total sample size of at least 30 000 kernels has to be taken. As the distribution of sample means with increasing sample size approaches a normal distribution, the choice of the underlying model should not be too critical. The negative binomial distribution is selected, because for this model a more reliable point estimate of the degree of contamination can be derived than with an exponential type of distribution. The proposed sampling plan is based on a limit for rejection of 1 ppb with a producer risk α of 1% and a consumer risk β of 1% for accepting a lot with 5 ppb. Three samples of 10 000

kernels are analysed in the first step. If no decision can be reached, another sample of 10 000 kernels has to be taken. Other values for the rejection limit as well as for the implied risks might be chosen without changing the principle of the proposed sampling plan.

Literatur

1. *Cucullu, A. F.* et al.: Determination of aflatoxin in individual peanuts and peanut sections. J. Am. Oil Chemists Soc. **43**, 89—92 (1966).
2. *Whitaker, T. B., Dickens, J. W.* et al.: Comparison of the observed distribution of aflatoxin in shelled peanuts to the negative binomial distribution. J. Am. Oil Chemists Soc. **49**, 590—593 (1972).
3. *Waibel, J.:* Stichprobengröße für die Bestimmung von Aflatoxin in Erdnüssen. Deut. Lebensm. Rundschau **73**, 353—357 (1977).
4. *Battaglia, R.:* Kant. Laboratorium des Kantons Zürich, persönliche Mitteilung.

Dr. R. Knutti
Prof. Dr. Ch. Schlatter
Institut für Toxikologie der
Eidgenössischen Technischen Hochschule
und der Universität Zürich
Schorenstraße 16
CH-8306 Schwerzenbach